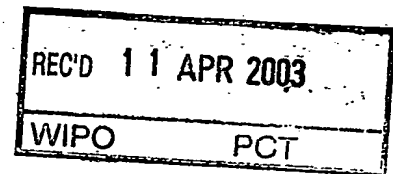


10/510086
F01/EPUS / 026 / 5

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 14 591.1
Anmeldetag: 03. April 2002
Anmelder/Inhaber: Clariant GmbH,
Frankfurt am Main/DE
Bezeichnung: Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln
IPC: C 05 G 3/00

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 23. Januar 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Ebert

Beschreibung

5 Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln mit Pigmenten.

- 10 Zur Kennzeichnung von Düngemitteln ist eine Vielzahl von Farbstoffen, Farbstofflösungen oder Dispersionen bekannt. Häufig werden Fettfarbstoffe verwendet, die in Öl gelöst dem Düngemittel zugesetzt werden. Fettfarbstoffe weisen jedoch eine geringe Lichtechtheit und Farbstärke auf. Die Säure- und Alkalibeständigkeit ist schlecht. Es besteht eine Löslichkeitsgrenze des Farbstoffes
- 15 in Öl, womit eine niedrige Farbtiefe einher geht. Auch eine erhöhte Deckkraft wäre wünschenswert.

- In der WO 97/19030 werden Düngemittelgemische mit anorganischen Pigmentpulvern, die geringe Mengen eines Öls enthalten, eingefärbt. Das Öl dient
- 20 zum Entstauben der feinteiligen anorganischen Pigmentpulver.

- Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln bereitzustellen, wobei eine hohe Farbstärke, Lichtechtheit und Deckkraft erzielt wird, das ökotoxikologisch einwandfrei ist und im
- 25 Anwendungsmedium eine hohe Säure- und Alkalibeständigkeit aufweist. Außerdem sollte die Zudosierung zum Anwendungsmedium nicht durch Löslichkeitsgrenzen limitiert sein.

- Es wurde gefunden, dass eine Pigment-Präparation eines organischen oder
- 30 anorganischen Pigments in einem Öl überraschenderweise die gestellten Anforderungen in hohem Maße erfüllt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Pigment-Präparation aus 5

bis 60 Gew.-% mindestens eines Pigments, 40 bis 95 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls, 0 bis 10 Gew.-% eines Dispergiermittels oder Dispergiermittelgemisches und 0 bis 5 Gew.-% üblicher Zusatzstoffe, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigment-Präparation, herstellt, gegebenenfalls die Pigment-Präparation mit Paraffinöl und/oder Pflanzenöl verdünnt, und die Pigment-Präparation oder die verdünnte Pigment-Präparation auf das einzufärbende Düngemittel aufbringt.

In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens setzt man eine Pigment-Präparation ein, die 5 bis 40 Gew.-% mindestens eines organischen Pigments und 60 bis 95 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls enthält.

In einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens setzt man eine Pigment-Präparation ein, die 10 bis 60 Gew.-% mindestens eines anorganischen Pigmentes und 40 bis 90 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls enthält.

Vorzugsweise wird eine Pigment-Präparation eingesetzt, die aus 10 bis 35 Gew.-%, insbesondere 15 bis 25 Gew.-%, mindestens eines organischen Pigments, 65 bis 90 Gew.-%, insbesondere 75 bis 85 Gew.-%, eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls, 0 bis 10 Gew.-% eines Dispergiermittels oder Dispergiermittelgemisches, sowie 0 bis 5 Gew.-% üblicher Zusatzstoffe besteht.

Vorzugsweise wird weiterhin eine Pigment-Präparation eingesetzt, die aus 15 bis 50 Gew.-%, insbesondere 20 bis 40 Gew.-%, eines anorganischen Pigmentes, 50 bis 85 Gew.-%, insbesondere 60 bis 80 Gew.-%, eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls, 0 bis 10 Gew.-% eines Dispergiermittels oder Dispergiermittelgemisches, und 0 bis 5 Gew.-% üblicher Zusatzstoffe besteht.

Beispiele für organische Pigmente im Sinne der Erfindung sind Monoazopigmente, Disazopigmente, Disazokondensationspigmente, verlackte Azopigmente, Triphenylmethanpigmente, Thioindigopigmente, Thiazinindigopigmente, Perylenpigmente, Perinonpigmente, Anthanthronpigmente, Diketopyrrolopyrrolpigmente, Dioxazinpigmente, Chinacridonpigmente, Phthalocyaninpigmente, Isoindolinonpigmente, Isoindolinpigmente,

Benzimidazonpigmente, Naphtholpigmente und Chinophthalonpigmente. Insbesondere zu nennen sind saure bis alkalische Ruße aus der Gruppe Furnaceruße oder Gasruße.

- 5 Beispiele für anorganische Pigmente im Sinne der Erfindung sind Weißpigmente, Eisenoxidpigmente, Eisenblaupigmente, Chromoxidpigmente, Ultramarinpigmente, Mischphasenpigmente, Sulfid-/ Sulfidselenidpigmente, Carbonatpigmente, Chromat-/Chromat-Molybdatpigmente, Komplexsalzpigmente, Silicatpigmente, Glanzpigmente, Leuchtpigmente.

10

Unter Paraffinöl wird im Sinne der vorliegenden Erfindung ein dünnflüssiges Gemisch gesättigter aliphatischer Kohlenwasserstoffe mit einer Dichte zwischen 0,82 und 0,89 g/ml und einer Dynamischen Viskosität (bei 25°C) zwischen 25 und 80 mPas verstanden. Handelsübliche Paraffinöle, auch Weißöle genannt, die für das

15 erfindungsgemäße Verfahren in Betracht kommen, können noch bis zu 40 % aromatische Kohlenwasserstoffe enthalten.

20

Unter Pflanzenölen werden im Sinne der vorliegenden Erfindung flüssige handelsübliche Öle aus Ölsaaten, wie z.B. Sonnenblumenöl, Olivenöl, Palmkernöl, Rapsöl, sowie Mischungen solcher Öle verstanden.

25

Unter Düngemitteln werden im Sinne der vorliegenden Erfindung überwiegend mineralische Kunstdünger, wie z.B. Stickstoff-, Phosphat-, Kali-, Kalk-, und Magnesium-Dünger, die mit organischen Düngern und/oder Spurenelementen vermischt sein können, verstanden.

30

Beispiele für Düngemittel, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren eingefärbt werden können, sind: Ammoniumsulfat, Ammoniumnitrat, Kalkammonsalpeter, Harnstoff, Harnstoff-Aldehyd-Kondensate, Stickstoffmagnesia, Ammonsulfatsalpeter, Kalksalpeter, Calciumcyanamid, Superphosphat, Doppel-, Tripelsuperphosphat, Thomasmehl, Thomasphosphat, Dicalciumphosphat, Kaliumchlorid, Kaliumsulfat, Kalimagnesia, Calciumcarbonat, Calciumoxid, sowie Gemische davon. Die genannten Düngemittel können auch mit organischen Polymeren oder Schwefel umhüllt sein.

Als Dispergiermittel eignen sich anionische, kationische und nichtionische grenzflächenaktive Verbindungen. Besonders bewährt haben sich Dispergiermittel, die eine oder mehrere mittel- oder langkettige Kohlenwasserstoffketten besitzen.

- 5 Von der Vielzahl der Verbindungen soll an dieser Stelle nur eine Auswahl aufgeführt werden, ohne jedoch die Anwendbarkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen auf diese Beispiele einzuschränken. Beispiele sind Alkylsulfate, Alkylsulfonate, Alkylphosphate, Alkylbenzolsulfonate wie Laurylsulfat, Stearylsulfat, Dodecylsulfonate, Octadecylsulfate, Dodecylsulfonate, Kondensationsprodukte aus
- 10 Fettsäure und Taurin oder Hydroxyethansulfonsäure, Alkoxylierungsprodukte von Alkylphenolen, Ricinusölkolophoniumestern, Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, und Fettsäureamiden, Umsetzungsprodukte aus Nonylphenol und kürzerkettigen, substituierten Alkylphenolen sowie deren polymeren Derivaten, z.B. Formaldehyd-Kondensationsprodukten sowie polymere Verbindungen wie z.B. Polyacrylate und
- 15 deren Oxalkylate.

- Als übliche Zusatzstoffe kommen Emulgatoren, Antiabsetzmittel, Antibackmittel, Netzmittel, Konservierungsmittel, Viskositätsstabilisatoren und Additive, welche die Rheologie beeinflussen, in Betracht. Als Antibackmittel werden insbesondere solche
- 20 eingesetzt, die das Zusammenbacken der Düngemittelkörnchen verhindern.

- Die erfindungsgemäß verwendete Pigment-Präparation kann hergestellt werden, indem das organische oder anorganische Pigment in Form eines Pulvers oder Granulats in Gegenwart der genannten Öle und gegebenenfalls Dispergiermittel
- 25 und/oder üblicher Zusatzstoffe dispergiert wird. Falls Dispergiermittel und/oder Zusatzstoffe zugegeben werden, werden diese Komponenten vorzugsweise zunächst mit dem Öl vermischt, das Pigment eingerührt und je nach Kornhärte des eingesetzten Pigments mit Rührwerken, Dissolvern, Rotor-Stator-Mühlen, Kugelmühlen, Rührwerkskugelmühlen, wie Sand- und Perlmühlen, Schnellmischern,
- 30 Knetapparaturen oder Hochleistungssperlmühlen dispergiert. Die erhaltene Pigment-Präparation wird gegebenenfalls mit dem genannten Öl weiter verdünnt. Die Verdünnung kann je nach gewünschter Farbintensität in weiten Grenzen schwanken, beispielsweise bis auf 1:100.

Zur erfindungsgemäßen Einfärbung des Düngemittels wird die vorstehend beschriebene Pigmentpräparation, gegebenenfalls nach vorheriger Verdünnung mit dem genannten Öl, zweckmäßigerweise in einer Menge von 0,00001 bis 0,10 Gew.-%, bevorzugt 0,001 bis 0,015 Gew.-%, insbesondere 0,005 bis 0,01 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des einzufärbenden Düngemittels, auf das Düngemittel appliziert. Dies kann beispielsweise durch Versprühen der Pigmentpräparation mit einer geeigneten Vorrichtung, wie z.B. einer Sprüh- oder Spritzmaschine, erfolgen. Die Pigmentpräparation kann aber auch direkt auf die Oberfläche des Kunstdüngers appliziert werden.

Sowohl bei der Verdünnung als auch bei der Applikation kann die Temperatur des Öls sowie der Pigment-Präparation zweckmäßigerweise zwischen 10 und 80°C liegen.

Bei Verwendung der beschriebenen ölhaltigen Pigment-Präparation erzielt man eine deutlich höhere Deckkraft, eine höhere Lichtechtheit, höhere Farbstärken, sowie ökologische Vorteile gegenüber Farbstoffen (da diese in der Regel kennzeichnungspflichtig sind), und eine deutlich bessere Säure- und Alkalibeständigkeit. Außerdem ist eine direkte Einarbeitung auf das Endprodukt möglich, wobei auf den Löseprozess verzichtet werden kann. Das Herstellen von Mischfarben ist im kalten Zustand möglich, da es sich um flüssige Präparationen handelt.

Ölhaltige Pigment-Präparationen können prinzipiell auch für die Pigmentierung von Schuhcreme, Kerzen, Wachsmalstiften, Knetmasse, Kosmetika, Anstrich- und Dispersionsfarben, Dispersionslacken, für Druckfarben, beispielsweise Textildruck-, Flexodruck- oder Tiefdruckfarben, für Tapetenfarben, für Holzschutzsysteme, für Viskose-Spinnfärbung, für Lacke, für Wurstdärme, für Saatgut, für Glasflaschen, für die Massefärbung von Dachziegeln, für Putze, für Holzbeizen, für Papiermassen, für Buntstiftminen, Faserschreiber, Tuschen, Pasten für Kugelschreiber, Kreiden, Wasch- und Reinigungsmittel, Schuhpflegemittel, Einfärbung von Latex-Produkten, Schleifmitteln sowie zum Einfärben von Kunststoffen und hochmolekularen Materialien, sowie als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z.B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertönern, Magnettonern, Flüssigtonern, Polymerisationstonern sowie weiteren Spezialtonern, als Farbmittel in

Ink-Jet-Tinten, insbesondere solchen auf nicht-wässriger Basis, Hot-melt- und Mikroemulsionstinten, eingesetzt werden.

Beispiele

5

In den nachstehenden Beispielen wurde ein Weißöl folgender Spezifikation verwendet:

	Kinematische Viskosität bei 20°C:	32 mm ² /s
	Dichte bei 20°C:	848 kg/m ³
10	Fließpunkt:	-9°C
	Brechungsindex bei 20°C:	1,466
	Kohlenwasserstoffverteilung:	Paraffinisch 67 % Aromatisch 33 %

15 Beispiel 1:

25 Teile C.I. Pigment Red 112 sowie 75 Teile Weißöl wurden bei 30 bis 40°C mittels einer Perlmühle (Fa. Drais) mit 280 Teilen Zirkonoxidperlen (d = 1 mm) über mehrere Passagen gemahlen. Die Pigmentpräparation hat eine hohe Farbstärke mit sehr reinem Farbton, erweist sich gut fließfähig sowie als lagerstabil, d.h. die Probe

20 bleibt trotz der Warmlagerung für 5 Wochen bei 50°C gut fließfähig.

Weitere Beispiele für Pigmentpräparationen:

- 2) 27 Teile Pigment Yellow 13 und 73 Teile Weißöl
- 3) 10 Teile Pigment Yellow 154 und 90 Teile Weißöl
- 25 4) 20 Teile Pigment Red 53:1 und 80 Teile Weißöl
- 5) 17 Teile Pigment Red 57:1 und 83 Teile Weißöl
- 6) 50 Teile Pigment Red 101 und 50 Teile Weißöl
- 7) 24 Teile Pigment Red 112 und 1,5 Teile Polyethylenwachs und 74,5 Teile Weißöl
- 30 8) 15 Teile C.I. Pigment Blue 15 und 85 Teile Weißöl
- 9) 20 Teile Pigment Blue 15:1 und 80 Teile Weißöl
- 10) 20 Teile Pigment Green 7 und 80 Teile Weißöl
- 11) 20 Teile Pigment Black 7 und 80 Teile Weißöl

Die in den Beispielen 1 bis 11 beschriebenen Pigmentpräparationen werden mit Weißöl 1:10 verdünnt und mittels einer Sprühapparatur auf einen handelsüblichen NPK-Kunstdünger appliziert:

- 5 Die versprühte Menge variierte je nach gewünschter Farbtintensität zwischen 1 und 1000 g Pigment-Präparation je Tonne Düngemittel.

Patentansprüche:

- 1) Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Pigment-Präparation aus 5 bis 60 Gew.-% mindestens eines Pigments, 40 bis 95 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls, 0 bis 10 Gew.-% eines Dispergiermittels oder Dispergiermittelgemisches und 0 bis 5 Gew.-% üblicher Zusatzstoffe, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigment-Präparation, herstellt, gegebenenfalls die Pigment-Präparation mit Paraffinöl und/oder Pflanzenöl verdünnt, und die Pigment-Präparation oder die verdünnte Pigment-Präparation auf das einzufärbende Düngemittel aufbringt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigment-Präparation 5 bis 40 Gew.-% mindestens eines organischen Pigments und 60 bis 95 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls enthält.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigment-Präparation 10 bis 60 Gew.-% mindestens eines anorganischen Pigmentes und 40 bis 90 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls enthält.
- 4) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigment ein organisches Pigment aus der Gruppe der Monoazopigmente, Disazopigmente, Disazokondensationspigmente, verlackten Azopigmente, Triphenylmethanpigmente, Thioindigopigmente, Thiazinindigopigmente, Perylenpigmente, Perinonpigmente, Anthanthronpigmente, Diketopyrrolopyrrolpigmente, Dioxazinpigmente, Chinacridonpigmente, Phthalocyaninpigmente, Isoindolinonpigmente, Isoindolinpigmente, Benzimidazonpigmente, Naphtholpigmente, Chinophthalonpigmente, Furnaceruße oder Gasruße ist.
- 5) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigment ein anorganisches Pigment aus der Gruppe der Weißpigmente, Eisenoxidpigmente, Eisenblaupigmente, Chromoxidpigmente, Ultramarinpigmente, Mischphasenpigmente, Sulfid-/ Sulfidselenidpigmente,

Carbonatpigmente, Chromat-/Chromat-Molybdatpigmente, Komplexsalzpigmente, Silicatpigmente, Glanzpigmente und Leuchtpigmente ist.

- 5 6) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Düngemittel ein mineralischer Kunstdünger aus der Gruppe der Stickstoff-, Phosphat-, Kali-, Kalk- und Magnesiumdünger ist.
- 10 7) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass als üblicher Zusatzstoff ein Antiabsetzmittel, Antibackmittel, Netzmittel, Konservierungsmittel, Viskositätsstabilisator und/oder ein Additiv zur Beeinflussung der Rheologie eingesetzt wird.
- 15 8) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigment in Form eines Pulvers oder Granulats in Gegenwart des Paraffinöls und/oder Pflanzenöls und gegebenenfalls des Dispergiermittels und/oder der üblichen Zusatzstoffe dispergiert wird.
- 20 9) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigment-Präparation oder die verdünnte Pigment-Präparation in einer Menge von 0,00001 bis 0,10 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des einzufärbenden Düngemittels, auf das Düngemittel aufgebracht wird.
- 25 10) Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigment-Präparation oder die verdünnte Pigment-Präparation auf die Oberfläche des Düngemittels aufgesprüht wird.

Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Einfärben von Düngemitteln, dadurch gekennzeichnet, dass man eine Pigment-Präparation aus 5 bis 60 Gew.-% mindestens eines Pigments, 40 bis 95 Gew.-% eines Paraffinöls und/oder Pflanzenöls, 0 bis 10 Gew.-% eines Dispergiermittels oder Dispergiermittelgemisches und 0 bis 5 Gew.-% üblicher Zusatzstoffe, jeweils
- 10 bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigment-Präparation, herstellt, gegebenenfalls die Pigment-Präparation mit Paraffinöl und/oder Pflanzenöl verdünnt, und die Pigment-Präparation oder die verdünnte Pigment-Präparation auf das einzufärbende Düngemittel aufbringt.